Elektroneninterferometrische Messung von quantisierten Magnetflüssen in supraleitenden Hohlzylindern

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften
der Mathematisch-naturwissenschaftlichen Fakultät
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von

Herbert Wahl

aus Weingarten

1969

Elektroneninterferometrische Messung von quantisierten Magnetflüssen in supraleitenden Hohlzylindern

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften
der Mathematisch-naturwissenschaftlichen Fakultät
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von

Herbert Wahl

aus Weingarten

1969

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Tag der mündlichen Prüfung:	9. Juli 1969
Dekan:	Prof. Dr. A. Seilacher
1. Berichterstatter:	Prof. Dr. G. Möllenstedt
2. Berichterstatter:	Prof. Dr. F. Lenz

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. Einleitung	1
1.1 Phasenschiebende Wirkung des Vektorpotentials	1
1.2 Quantisierung des Magnetflusses in zweifach zusammenhängenden Supraleitern	2
1.3 Problemstellung	7
2. Meßapparatur	8
2.1 Elektroneninterferometer	8
2.2 Objekt	13
2.3 Kühleinrichtung	14
2.4 Magnetspule	17
2.5 Versuchsablauf	18
3. Aufnahmeverfahren und Ergebnisse	19
3.1 Örtliche Variation des Magnetflusses	19
3.2 Zeitliche Variation des Magnetflusses	21
4. Diskussion der Ergebnisse	27
4.1 Meßtemperatur	27
4.2 Einheit des eingefrorenen Flusses - Höhe der Stufen	27
4.3 Einheit des Fluxoids - Länge der Stufe	28
4.4 Verschiebung der Kurve	29
4.5 Zwischenwerte	29
4.6 Temperaturabhängigkeit des eingefrorenen Flusses	31
5. Zusammenfassung und Schluß	33
Literaturverzeichnis	36

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41543901_0073

1. Einleitung

1.1 Phasenschiebende Wirkung des Vektorpotentials

Wird eine Elektronenwelle in zwei kohärente Teilwellen aufgetrennt, die anschließend zur Überlagerung gebracht werden, so ist die Intensitätsverteilung in dem sich ergebenden Interferenzfeld außer von anderen Faktoren auch von dem von den beiden Teilwellen eingeschlossenen Magnetfluß abhängig, selbst wenn diese in einem völlig feldfreien Raum verlaufen.

Wie in theoretischen Arbeiten gezeigt wurde [1 - 3], erleiden die beiden Teilwellen eine Phasendifferenz $\Delta\varphi$, für die gilt:

$$\Delta\varphi = \frac{e}{\hbar} \oint \vec{A}\, d\vec{s} = \frac{e}{\hbar} \int_F \vec{B}\, d\vec{f} = \frac{e}{\hbar} \Phi \qquad (1).$$

Dabei ist $\vec{B}$ die magnetische Induktion, $\vec{A}$ das mit ihr gemäß $\vec{B} = \mathrm{rot}\,\vec{A}$ verknüpfte Vektorpotential und Φ der magnetische Fluß. Diese Phasendifferenz bewirkt gegenüber dem Fall mit $\Phi = 0$ eine Verschiebung der Interferenzlinien innerhalb des seine Lage nicht verändernden Interferenzfeldes um die Strecke Δs, für die gilt:

$$\Delta s = \frac{\Delta\varphi}{2\pi} \cdot s_o = \frac{e}{\hbar} \cdot \Phi \cdot s_o \qquad (2)$$

dabei ist s_o der Abstand der Interferenzlinien.

Mit dem Biprisma für Elektronenwellen nach MÖLLENSTEDT und DÜKER [4] konnten Zweistrahlinterferometer aufgebaut werden, mit denen diese Aussage mehrmals, zuletzt mit einer Genauigkeit von 1,5 % experimentell nachgeprüft wurde [5 - 9].

Mit einem solchen Interferometer können andererseits Magnetflüsse gemessen werden. Aus (2) ergibt sich:

$$\Phi = k \cdot \Phi^* \qquad (3)$$

mit $k = \frac{\Delta s}{s_o}$ und $\Phi^* = \frac{h}{e} = 4,13 \cdot 10^{-15}$ V sec $= 4,13 \cdot 10^{-7}$ Gauß cm^2.

Φ^* bedeutet dabei den Fluß, der die Phase um 2π und damit die Interferenzstreifen um einen Streifenabstand schiebt. Der absolute Fehler einer solchen Flußmessung kann dabei unter $4 \cdot 10^{-8}$ Gauß cm^2 gehalten werden, da Streifenverschiebungen von $s_o/10$ noch gut meßbar sind.

1.2 Quantisierung des Magnetflusses in zweifach zusammenhängenden Supraleitern

Kühlt man einen Hohlzylinder aus supraleitendem Material in einem zu seiner Achse parallelen homogenen Magnetfeld unter seine Sprungtemperatur T_c ab, so werden in ihm Dauerströme induziert. Sie erzeugen auch nach Abschalten des äußeren Feldes einen magnetischen Fluß Φ_E (eingefrorener Fluß) durch die Bohrung des Zylinders. Dabei werden Strom und Magnetfeld aus dem Supraleiter heraus in eine dünne Schicht an dessen Oberfläche verdrängt (Meissner-Ochsenfeld-Effekt [10]), deren Dicke durch die sogenannte Eindringtiefe λ charakterisiert wird.

LONDON [11, 12] sagte 1948 voraus, daß dieser Fluß nur in Vielfachen von h/e auftreten könne. ONSAGER bemerkte 1960 (s. Anmerkung in [17]), daß unter Berücksichtigung der Paarkorrelierung der Elektronen im Supraleiter [13 - 15] der halbe Wert dieser Einheit zu erwarten ist. Die ersten erfolgreichen Experimente gelangen 1961 erstmals DOLL und NÄBAUER [16 a, b] und anschließend DEAVER und FAIRBANK [17]. Sie fanden eine Flußquantisierung in Einheiten von h/2e.

Inzwischen wurde eine Anzahl von theoretischen [18 - 22] und experimentellen [23 - 30] Arbeiten veröffentlicht, die dieses Ergebnis mit

verschiedenen Methoden bestätigen. Ergänzend sei noch auf die zusammenfassenden Artikel [31, 32], den Tagungsbericht [33] und die entsprechenden Kapitel der Werke [34 - 37] hingewiesen.

Für die Diskussion der Ergebnisse der vorliegenden Arbeit sind die folgenden theoretischen Aussagen wichtig: Nicht der magnetische Fluß, sondern die von LONDON definierte und "Fluxoid" genannte Größe Φ_c ist gequantelt. Es ist (s. z.B. [21, 25, 28])

$$\Phi_c = (\vec{A} + \mu_o \lambda^2 \cdot \vec{j}_s)\, d\vec{s} = n \cdot \Phi_o \quad (n = 0, 1, 2\ldots) \qquad (4)$$

mit $\Phi_o = \frac{h}{2e} = 2{,}07 \cdot 10^{-15}\,\mathrm{V\,sec} = 2{,}07 \cdot 10^{-7}\,\mathrm{Gauß\,cm^2}$ (5),

dabei bedeutet $\vec{A}$ das Vektorpotential, μ_o die magnetische Feldkonstante, λ die oben genannte Eindringtiefe, $\vec{j}_s$ die Stromdichte des Suprastromes und n die Quantenzahl. Der Integrationsweg führt im Supraleiter einmal um die Bohrung herum. Φ_c ist von der speziellen Wahl dieses Integrationsweges und von der Zeit unabhängig [11].

Der eingefrorene Fluß $\Phi_E = \oint \vec{A}\, d\vec{s}$ läßt sich aus (4) in zwei Grenzfällen leicht ableiten:

Die Wandstärke d des Hohlzylinders sei groß gegen die Eindringtiefe. Dann läßt sich der Integrationsweg so legen, daß der mechanische Beitrag zum Fluxoid verschwindet, da im Supraleiter weit außerhalb der Eindringtiefe $\vec{j}_s = 0$ ist. Es gilt also:

$$d \gg \lambda \quad : \quad \Phi_E = n \cdot \Phi_o \qquad (6).$$

Im umgekehrten Fall, $d \ll \lambda$ [20, 21], ist die Stromdichte in der Wand konstant. Unter Vernachlässigung von Streufeldern (langer Zylinder) gilt, wenn $r_i \gg d$ den Innenradius des Hohlzylinders bedeutet:

$$d \ll \lambda \quad : \quad \Phi_E = n \cdot \Phi_o \cdot (1 + 2\,\lambda^2 / r_i\, d)^{-1} \qquad (7).$$

Die Eindringtiefe ist temperaturabhängig [20]. Näherungsweise gilt (s. z.B. [38]):

$$\lambda(t) = \lambda(0) \cdot (1 - t^4)^{-1/2} \qquad (8)$$

Dabei ist $\lambda(0)$ die Eindringtiefe bei $T = 0^{\circ}K$ und $t = \frac{T}{T_c}$.

Der eingefrorene Fluß tritt also nur für $\lambda^2 \ll r_i d$ in ganzzahligen Vielfachen von Φ_o auf. In anderen Fällen ist Φ_E/Φ_o nicht ganzzahlig und hängt von den Abmessungen und der Temperatur ab. Da bei Annäherung der Temperatur an den Sprungpunkt die Eindringtiefe nach (8) sehr groß wird, strebt der eingefrorene Fluß nach (7) dabei gegen Null.

Die Quantenzahl n wird durch die während des Abkühlens beim Durchgang durch die Sprungtemperatur vorhandene magnetische Induktion $\vec{B}_A$ bestimmt. Es gilt [18, 22]:

$$(n - \tfrac{1}{2})\Phi_o < \bar{r}^2 \cdot B_A = \Phi_A < (n + \tfrac{1}{2})\Phi_o \qquad (9),$$

dabei ist $\bar{r}$ der sogenannte Einfrierradius, der der Bedingung

$$r_i < \bar{r} < r_a, \quad \text{mit} \quad r_a = r_i + d \qquad (10)$$

unterliegt.

LÜDERS [22] gibt außerdem an

$$\bar{r}^2 = \frac{r_a^2 - r_i^2}{2 \ln \frac{r_a}{r_i}} \qquad (11).$$

Die Fluxoideinheit Φ_o kann nach (9) experimentell bestimmt werden. Sie ist gleich der maximalen Änderung des äußeren Flusses Φ_A, der bei verschiedenen Abkühlungen zur Beobachtung der gleichen Quanten-

zahl n führt. Dies kann nach (6) bzw. (7) daran erkannt werden, daß bei gleicher Temperatur und gleichen Abmessungen der gleiche eingefrorene Fluß Φ_E gemessen wird.

Im folgenden sollen die wichtigsten bisherigen Experimente und ihre Ergebnisse kurz beschrieben werden:

DOLL und NÄBAUER [16 a, b] bestimmten das durch den eingefrorenen Fluß verursachte magnetische Moment eines Hohlzylinders, indem sie ihn durch ein niederfrequentes, magnetisches Wechselfeld zu Drehschwingungen senkrecht zu seiner Achse anregten. Aus der Resonanzamplitude läßt sich Φ_E in Abhängigkeit von B_A bestimmen.

DEAVER und FAIRBANK [17] bewegten einen Hohlzylinder längs seiner Achse auf und ab; dabei wird in zwei feststehenden, die Enden des Zylinders umfassenden Spulen eine dem eingefrorenen Fluß proportionale Spannung induziert. Sie konnten damit zeigen, daß auch bei angelegtem äußeren Feld der eingefrorene Fluß quantisiert ist, die quantisierten Suprastrom also beim Durchgang durch die Sprungtemperatur induziert werden.

LITTLE und PARKS [23] wiesen eine mit wachsendem äußeren Fluß periodische Änderung der Sprungtemperatur nach. Dies zeigt, daß die quantisierten Zustände minimale freie Energie haben, wie von der Theorie [18] vorhergesagt. Aus der Periode läßt sich Φ_o bestimmen.

KWIRAM und DEAVER [24] variierten die Temperatur des Hohlzylinders in einem Temperaturintervall um den Sprungpunkt mit $5 \cdot 10^4$ Hz, indem eine sich im Hohlraum des Zylinders befindliche koaxiale Heizung von einem Wechselstrom dieser Frequenz durchflossen wird, und bestimmten die in einer den Zylinder umgebenden Spule induzierte Spannung in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld, die ein Maß für

die Differenz $\Phi_E - \Phi_A$ ist. Aus der Periodizität dieser induzierten Spannung bei wachsendem äußeren Fluß folgt nach (9) das Fluxoidquant. Weiter wird dadurch bewiesen, daß die Auf- und Abbauzeiten für das Einfrieren des Flusses kleiner als 10^{-5} sec sind.

Im Experiment von HUNT und MERCEREAU [25] wird ein supraleitender Ring als Galvanometerspule benützt und der eingefrorene Fluß in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen. Sie konnten die Abhängigkeit gemäß den Gleichungen (7) und (8) und auch die Reversibilität bei erneutem Abkühlen nachweisen, allerdings nur bei hohen Quantenzahlen $n \approx 10^5$ bis 10^7, da einzelne Quanten nicht aufgelöst werden konnten.

Eine weitere Gruppe von Experimenten [27 - 30] benützt den sogenannten Josephson-Effekt. Obwohl hier im allgemeinen kein Fluß eingefroren wird, gestatten diese Experimente die genauesten Messungen des Fluxoidquants, deren kleinster relativer Fehler nach PARKER u. a. [30] $6 \cdot 10^{-6}$ beträgt. Sie zeigen besonders schön die enge Beziehung zwischen der Phasenschiebung durch elektromagnetische Potentiale und der Fluxoidquantisierung, die durch die Gleichungen (1) und (4) nahegelegt wird.

Die folgende Tabelle faßt die Ergebnisse der beschriebenen Experimente zusammen.

Autor	Einheit des eingefrorenen Flusses in Vielfachen von Φ_o	Verhältnis des gemessenen Fluxoidquants zu $\Phi_o = \frac{h}{2e}$
Doll u. Näbauer	$0,78 \pm 7,5\ \%$	$0,86 \pm 20\ \%$
Deaver u. Fairbank	$1,0 \pm 30\ \%$	1 (keine Fehlerangabe)
Kwiram u. Deaver	-	$1,00 \pm 3\ \%$
Little u. Parks	-	$1,00 \pm 15\ \%$
Parker u. a.	-	$1 \pm 6 \cdot 10^{-6}$

1.3 Problemstellung

Wie in 1.1 dargelegt, erlaubt das Elektroneninterferometer eine direkte Flußmessung ohne Eichung. Eine Eigenart interferometrischer Messungen ist ferner, daß der absolute Fehler in weiten Grenzen vom Meßwert unabhängig ist (s. 1.1). Die Messung erfolgt lokal, d.h. in einem bestimmten Querschnitt des Hohlzylinders und momentan, d.h. grundsätzlich können auch schnelle Änderungen des Flusses gemessen werden.

Es liegt deshalb nahe, das Elektroneninterferometer zur Messung des quantisierten Magnetflusses zu benutzen [39].

Es war die Aufgabe gestellt, ein Elektroneninterferometer aufzubauen und mit einer Kühleinrichtung auszustatten. Um eine Erwärmung des supraleitenden Hohlzylinders (im folgenden Objekt genannt) durch Elektronenbestrahlung zu vermeiden, wurden die Teilwellen in einem auftrennenden Strahlengang um das Objekt herumgeführt.

Wegen seiner relativ hohen Sprungtemperatur von $T_c = 7,19^{\circ}K$ wird Blei als supraleitendes Material gewählt. Es wird auf einen Kupferdraht von ca. 10 µm Durchmesser bis zu einer Schichtdicke von ca. 1,5 µm aufgedampft. Damit soll gemäß Gl. (6) eine exakte Flußquantisierung erreicht werden, da nach LOCK [38] $\lambda_{Pb}(4,2^{\circ}K) < 590$ Å ist.

2. Meßapparatur

2.1 Elektroneninterferometer

Das im folgenden beschriebene Elektroneninterferometer wurde durch der Aufgabenstellung angepaßte Veränderungen aus der Apparatur von SCHAAL u. a. [9] entwickelt. Diese geht ihrerseits auf das Prinzip des von BUHL beschriebenen Interferenzmikroskops [40] zurück.

Der Gesamtaufbau ist in Abb. 1 in zwei zueinander senkrechten Schnitten schematisch dargestellt, aus der auch die wichtigsten Abmessungen

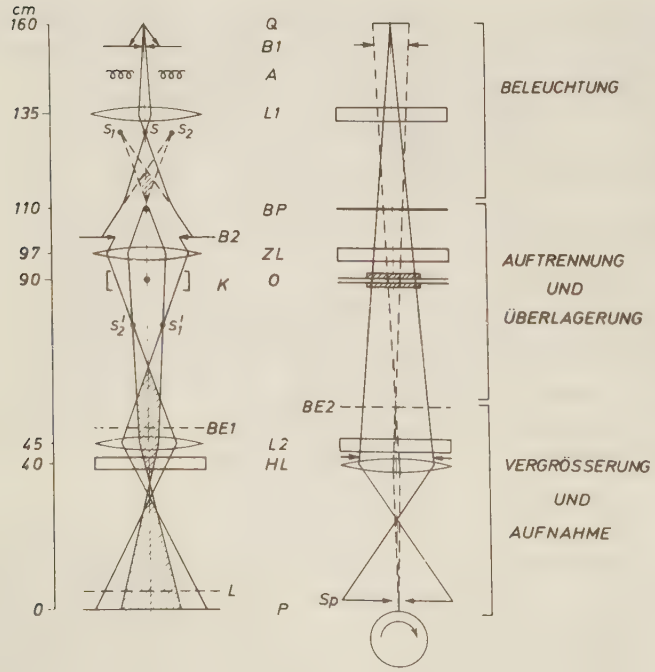


Abb. 1: Gesamtaufbau

zu entnehmen sind. Die Beschleunigungsspannung von U_B = 30 kV wurde einer Hochspannungsanlage HA 60 R der Firma Carl Zeiss, Oberkochen, entnommen. Sämtliche verwendeten Linsen sind elektrostatische Zylinderlinsen, deren Spannungen über ein Hochspannungspotentiometer abgenommen werden. Das Betriebsvakuum beträgt vor der Kühlung $1 \cdot 10^{-5}$ Torr.

Das Interferometer gliedert sich in drei Teile.

a) Beleuchtung

Der engste Strahlquerschnitt eines Strahlerzeugungssystems mit Spitzenkathode, wie von SPEIDEL und GAUKLER [41] beschrieben, wird durch die Linse L1 (Brennweite 0,8 mm) zu einer strichförmigen Sonde S der Breite $s \approx 600$ Å verkleinert. Die Blende B1 begrenzt die Strahlerapertur, das magnetische Ablenkelement A erleichtert die Justierung. Die Sonde S beleuchtet das im Abstand a befindliche Biprisma BP. Dieses besteht aus einem etwa 2 µm dicken und mit einer 200 Å dicken Goldschicht bedampften Quarzfaden und zwei zu ihm parallelen Erdbacken im Abstand von 2 mm. Durch Anlegen einer Spannung U_f an den Biprismafaden wird ein in naher Umgebung des Fadens zylindersymmetrisches Radialfeld erzeugt, das eine einfallende Elektronenwelle in zwei um den Winkel γ gegeneinander umgelenkte Teilwellen zerlegt. Um im Überlagerungsfeld dieser Teilwellen kontrastreiche Interferenzen beobachten zu können, muß die sogenannte Winkelkohärenzbedingung eingehalten werden. Diese lautet (s. z. B. [42]):

$$b \ll \frac{a}{s} \cdot \lambda_e \qquad (12),$$

dabei ist $\lambda_e = 0,07$ Å die Wellenlänge und b die Breite des Bereichs, in dem die zur Überlagerung gebrachten Teile der Teilwellen die Biprismaebene passieren. Mit den angegebenen Daten ergibt sich:

$$b \ll 30\ \mu m \qquad (13).$$

b) Auftrennung und Überlagerung

Durch Anlegen einer negativen Fadenspannung U_F entstehen zwei virtuelle Sonden S_1 und S_2, die über dem Biprisma ein in Abb. 1 schraffiertes virtuelles Interferenzfeld erzeugen. Die schwache Zwischenlinse ZL (Brennweite 13 cm) bildet die virtuellen Sonden S_1 und S_2 in die reellen Sonden S_1' und S_2' 20 cm unterhalb der Zwischenlinse und eine Ebene des virtuellen Interferenzfeldes in die Beobachtungsebene BE1 ab. Die Lage der Beobachtungsebene BE1 wird durch die Brennweite (0,8 mm) der Linse L2 und die Lage der Photoplatte P bestimmt.

Der Abstand l der Sonden S_1' und S_2' und damit die Auftrennung der beiden Teilwellen wird durch den Umlenkwinkel γ bestimmt.

Mit $$l = c' \cdot \gamma \qquad (14)$$

und $$\gamma = \gamma_0 \, U_F \qquad (15)$$

gilt $$l = c \cdot U_F \qquad (16),$$

dabei ist γ_0 eine von den Abmessungen des Biprismas und von der Beschleunigungsspannung abhängige Konstante, die im vorliegenden Fall $1,4 \cdot 10^{-5} \frac{1}{\text{Volt}}$ beträgt. Zusammen mit den in Abb. 1 gegebenen Abmessungen und der Brennweite der Zwischenlinse bestimmt sich c zu

$$c = 2 \ \mu\text{m/Volt} \qquad (17).$$

Für den Abstand der Interferenzstreifen in der Beobachtungsebene gilt

$$\Delta = \lambda_e \frac{d}{l} \qquad (18),$$

wobei d der Abstand der reellen Sonden von der Beobachtungsebene ist. Mit einer Fadenspannung von $U_F = -13$ V ergibt sich nach (16)

und (17) eine Auftrennung von $l = 26\,\mu m$ und damit nach (18) ein Interferenzstreifenabstand von $0,1\,\mu m$. Zur Aufnahme ist also noch eine Nachvergrößerung erforderlich.

In der Zwischenlinse ist die Auftrennung am größten. Deshalb wird das Objekt möglichst nahe bei ihr, aus konstruktiven Gründen 7 cm unterhalb, angeordnet. In Abb. 1 bedeutet O das Objekt und K das Kühlteil.

Die justierbare Spaltblende B2 beschränkt die Apertur der Zwischenlinse, da sonst wegen ihres großen Öffnungsfehlers das Objekt aus dem achsenfernen Teil der Kaustik mit Elektronen bestrahlt wird, was zu unerwünschten Aufladungserscheinungen führt.

c) Vergrößerung und Aufnahme

Die Beobachtungsebene BE1 wird durch die Linse L2 600fach vergrößert auf den Leuchtschirm L bzw. die Photoplatte P projiziert. Der nach den genannten Daten zu erwartende Interferenzstreifenabstand von $60\,\mu m$ wurde auch experimentell gefunden. Die beobachtete Breite des Interferenzfeldes von 5 mm entspricht in der Biprismaebene einem Bereich von $7\,\mu m$. Die Bedingung (13) ist also erfüllt.

Ein Ausschnitt des Interferenzfeldes kann auch kontinuierlich auf einem unter dem Spalt Sp gleichförmig bewegten Film registriert werden (s. rechte Seite der Abb. 1).

Wie aus Abb. 1 ersichtlich, wird mit der Hilfslinse HL (Brennweite 10 mm) die Beobachtungsebene BE2 festgelegt und das Interferenzfeld längs der Linien 40fach auf die Photoplatte vergrößert. Als Bildfeldbegrenzung wirkt dabei die obere Erdelektrode der Hilfslinse (Spaltbreite 1 mm); zurückgerechnet auf die Objektebene entspricht dies einem Bereich von 0,5 mm.

Die Längsabmessung der Quelle Q (ca. 15 µm) beschränkt die Längsauflösung, da die in einem Punkt der Beobachtungsebene BE2 auftreffenden Elektronen das Objekt an verschiedenen Stellen in seiner Längsrichtung passiert haben. Dieser Bereich ergibt sich aus den Abmessungen zu ca. 6 µm. Wird also in der Objektebene innerhalb einer Länge von 6 µm die Phase der interferierenden Wellen verändert, so würde sich dies nicht als Schrägstellung der Interferenzstreifen, sondern als Kontrastverschlechterung bemerkbar machen.

Sowohl Gesichtsfeld wie auch Längsauflösung wurde experimentell nachgeprüft, indem an die Stelle des Objekts ein Netz mit quadratischen Maschen gebracht wurde. Die Auftrennung der Teilbündel in der Objektebene wurde durch Versuche mit verschieden dicken Drähten an Stelle des Objekts gemessen.

d) Störempfindlichkeit

Wie in [9] ausführlich beschrieben, ist das Interferometer extrem empfindlich gegen mechanische Erschütterungen und magnetische Wechselfelder. Außer den dort beschriebenen Maßnahmen wurde die Anordnung auf Kosten weiter Auftrennung gekürzt und alle aus dem Netz betriebenen Versorgungseinrichtungen in mindestens 10 m Entfernung vom Interferometer installiert. Als Diffusionspumpe wird der Typ DI 1000 der Firma Heraeus, Hanau, verwendet. In ihr wird das Öl durch aufgeheizte Kupferbleche, die von oben nur knapp in das Öl tauchen, von der Oberfläche weg verdampft. Siedestöße werden somit weitgehend vermieden. Alle Zuleitungen zum Interferometer wurden abgeschirmt.

2.2 Objekt

Der Objektträger besteht aus einem Ring mit zwei Haltestiften aus Kupfer, zwischen die ein Kupferdraht von 10,8 µm Durchmesser und 10 mm Länge gespannt wird. Die Stifte sind über je ein Zahnrad drehbar. So konnte während des Bedampfens der Draht bei ruhendem Objektträger ständig um seine Achse gedreht werden; eine Ungleichmäßigkeit der Bedampfung durch Abschattung war damit ausgeschlossen. Durch dicht am Draht liegende Blenden wird dabei entweder ein 6 mm langes in der Mitte liegendes oder ein 3 mm langes auf einer Seite liegendes Drahtstück freigegeben.

Zunächst wird der Draht einer in Luft brennenden Gasentladung ausgesetzt ("beglimmt"). Das Aufdampfgut (Pb-Draht, 3 mm ϕ, 99,999 %, der Firma Koch-Light, Colnbrook, England) wird aus Wolframschiffchen bei einem Druck von etwa 10^{-5} Torr bis zu einer Schichtdicke von 1 µm bis 2 µm aufgedampft. Nach Entfernen der Blende und neuerlichem Beglimmen wird der Draht über seine ganze Länge mit einer etwa 200 Å dicken Goldschicht bedampft. Das Objekt wird dann sofort in das Interferometer eingebaut.

Die Bestimmung der Abmessungen des Objekts erfolgt nach Abschluß der Kühlversuche. Dazu wird das Objekt mit 500facher Vergrößerung in einem Elektronen-Rastermikroskop abgebildet und ausgemessen. Zur Kontrolle wird die Wandstärke aus der Schichtdicke auf einem Objektgläschen bestimmt, das mit dem Kupferdraht zusammen senkrecht zu seiner Oberfläche bedampft wird. Diese Schichtdicke beträgt, wie eine einfache Mittelwertberechnung ergibt, das π -fache der Schichtdicke auf dem Draht.

2.3 Kühleinrichtung

a) Kühlbauteil

Das Kühlbauteil wurde aus dem von KLIPPING [43] beschriebenen Verdampferkryostaten entwickelt, dessen Eigenart es ist, daß das im eigentlichen Kühlgefäß anfallende, noch kalte Heliumgas den Strahlenschutz kühlt und somit auf die zusätzliche Zuführung von flüssigem Stickstoff verzichtet werden kann. Es wurden inzwischen mehrere Kühlteile speziell für die Elektronenmikroskopie beschrieben. Dazu sei auf die Tagungsberichte [44, 45] verwiesen.

Das über einen Vakuummantelheber mit der Vorratskanne für flüssiges Helium verbundene zylindrische Innengefäß I (s. Abb. 2) hat eine Zentralbohrung zum Durchtritt des Elektronenstrahls. An seinem oberen Ende befindet sich in passenden Aussparungen der vorne beschriebene Objekthalter O und über diesem eine Blende B. Der thermische Kontakt erwies sich als ausreichend, so daß auf die übliche Kontaktierung

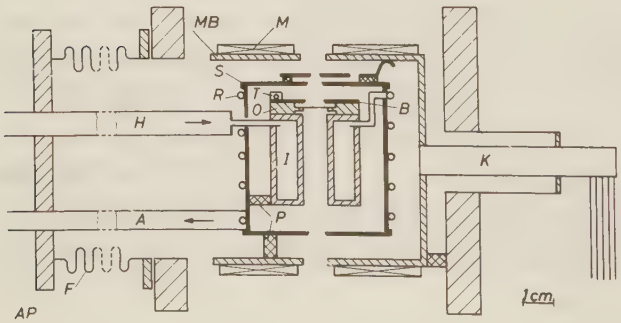


Abb. 2: Kühlbauteil

mit Indium verzichtet werden konnte. Auf der Blende ist der Temperaturfühler T befestigt. Das gesamte Innengefäß I ("Kühlkopf") ist von einem zylindrischen Strahlenschutz S umgeben, an dessen Wand eine Kupferrohrspirale R befestigt ist, durch die das kalte Heliumgas geführt wird. Mechanisch sind diese beiden Teile durch sechs Plexiglasstützen P fest verbunden. Alle beschriebenen Teile sind aus Kupfer, die nötigen Verbindungsrohre aus schlecht wärmeleitendem Kontrazid. Um Aufladungen der Blenden bei Elektronenbestrahlung möglichst zu vermeiden, wurde am oberen Deckel des Strahlenschutzes eine enge Blende (0,8 mm ϕ) thermisch isoliert gegen diesen, über einen Kupferdraht thermisch leitend mit der warmen Vakuumsäule verbunden, angebracht. Das Führungsrohr für den Heber H und die Abgasleitung A sind durch eine über einen Federbalg F bewegliche Abschlußplatte AP nach außen geführt. Das ganze Kühlteil steht auf drei Plexiglasstützen P im Innern einer würfelförmigen Messingbüchse MB und wird durch zwei Blattfedern auf deren Boden gedrückt. Eine Grobjustierung und Drehung des Kühlteils ist über die Abschlußplatte möglich. Die Feinjustierung erfolgt durch zwei Stempel aus Teflon, die auf dem Strahlenschutz aufsitzen und von außen mit Feintrieben verschoben werden. Die Büchse MB ist wärmeisoliert mit der Vakuumsäule verbunden und kann von außen über den Kupferstab K mit flüssiger Luft vorgekühlt werden. Sie dient außerdem als Träger für die Magnetspule M. Zusammen mit der Abschlußplatte kann das Kühlteil schubladenartig seitlich aus der Vakuumsäule entnommen werden. In der Nähe des Kühlteils ist ein Ionisationsmanometer angebracht.

b) Temperaturmessung

Als Temperaturfühler dient ein 100 Ω - 1/4 Watt-Kohlewiderstand der Firma Allen-Bradley, Milwaukee, USA, der nach der Entfernung sei-

ner Isolierschicht in eine passende Bohrung eines Kupferklötzchens eingeklebt wurde [46]. Die Messung des Widerstands erfolgt in einer Vierleiteranordnung. Der Spannungsabfall bei konstantem Stromdurchgang (50 μA) wird mit einem Kompensationsschreiber der Firma Metrawatt, Nürnberg, registriert. Bei einer Temperatur von 4,2 ^{o}K (Siedepunkt des Heliums bei Normaldruck) beträgt der Widerstand 1,6 kΩ, die dann entwickelte Leistung ist $4 \cdot 10^{-6}$ Watt, was im Rahmen der Meßgenauigkeit zu keiner Verfälschung der Temperaturanzeige führt. Ein genau vermessener Drahtwiderstand in der Stromzuführung erlaubt die Strommessung.

Die Eichung erfolgte in einem Glaskryostaten. Als Fixpunkte wurden die Siedetemperaturen von Helium (4,2 ^{o}K) und Stickstoff (77,4 ^{o}K) und die Sprungtemperatur von Blei (7,2 ^{o}K) gewählt. Weitere Punkte zwischen 7,2 ^{o}K und 30 ^{o}K ergeben sich durch Vergleich mit einem Pb-Widerstand [47, 48]. Zwischen 4,2 ^{o}K und 7,2 ^{o}K wurde nach der von CLEMENT und QUINNELL [46] angegebenen Beziehung interpoliert. In diesem Bereich beträgt die absolute Genauigkeit $\pm$ 0,1 ^{o}K, Temperaturänderungen können um eine Zehnerpotenz genauer angegeben werden.

Um die Reproduzierbarkeit zu überprüfen, werden bei jedem Kühlversuch im Interferometer zwei weitere Fixpunkte aufgenommen, einmal der Widerstandswert, wenn flüssiges Helium im Kühlkopf ist, was bei abgeschalteter Heliumzufuhr an konstanter Temperaturanzeige zu erkennen ist, zum anderen der Widerstandswert, wenn das Objekt die Sprungtemperatur überschreitet, was bei großen eingefrorenen Magnetflüssen an einem deutlichen "Sprung" der Interferenzstreifen erkennbar ist. Über die Dauer der Versuche war keine Nacheichung erforderlich.

c) Gesamtaufbau der Kühleinrichtung und Kühlvorgang

Nach Einschalten der Rotationspumpe RP und Öffnen des Ventils V1 steigt das flüssige Helium aus der Vorratskanne HK über den Vakuummantelheber in das Kühlteil K. Das geförderte Gas wird im Transportballon B1 aufgefangen. Um in der Vorratskanne den Druck konstant zu halten, wird der Ballon B2 aus der Gasflasche G mit Helium gefüllt. Der Druck in der Kanne und der Ansaugdruck werden mit den Manometern M1 und M2 kontrolliert. Das Kühlteil kühlt sich stetig ab, bis nach ca. 8 min flüssiges Helium im Kühlkopf ist. Ventil V1 wird nun geschlossen und Ventil V2 geöffnet. Nach weiteren 5 bis 7 min (je nach Temperatur des Strahlenschutzes) ist das flüssige Helium verdampft, und das Kühlteil erwärmt sich. Vor der Kühlung beträgt der Druck in der Nähe des Kühlkopfes $1 \cdot 10^{-5}$ Torr und fällt beim Kühlen bis unter $1 \cdot 10^{-6}$ Torr. Beim ersten Abkühlprozess treten häufig Gasschwingungen auf, die durch Gegensteuern mit Ventil V1 gedämpft werden können.

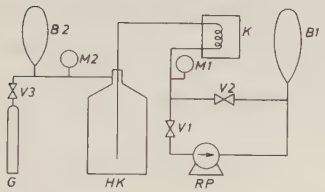


Abb. 3: Gesamtaufbau der Kühleinrichtung

2.4 Magnetspule

Die Stromversorgung ist stabilisiert. Die Strommessung erfolgt mit einem AEG-Präzisionsamperemeter der Güteklasse 0,2. Die Eichung erfolgte, indem bei eingebautem Kühlkopf am Ort des Objekts das Magnetfeld mit einer Magnetfeldsonde der Firma Förster, Reutlingen, als Funktion des Stromes gemessen wurde. Auf die Länge des Objekts konnte keine Inhomogenität festgestellt werden. Es ergab sich folgen-

de Beziehung:

$$B = A \cdot J \quad \text{mit} \quad A = 17,3 \frac{\text{m Gauß}}{\text{m A}} \pm 3\,\% \tag{19}$$

Dabei ist B die magnetische Induktion in Richtung des Fadens am Ort des Objekts und J die Stromstärke. In der Fehlerangabe ist ein möglicher Winkel von $\pm 5^{\circ}$ zwischen Magnetfeld und Richtung des Objekts berücksichtigt, der bei der Justierung auftreten kann.

2.5 Versuchsablauf

Nach der Justierung des Interferometers wird das Objekt in den Raum zwischen den Teilbündeln geschoben. Der Kühlkopf wird mit flüssigem Helium gefüllt. Die dabei auftretende Drift des Objekts wird laufend korrigiert. Ist beim folgenden Erwärmungsprozeß die Sprungtemperatur überschritten, wird der Strahl über dem Kühlteil abgeblendet, das Magnetfeld eingeschaltet und wieder abgekühlt. Nach Erreichen der tiefsten Temperatur wird das Magnetfeld abgeschaltet, der Strahl aufgeblendet und das Objekt nachjustiert. Diese Nachjustierung ist nur noch gering, da die höchste Temperatur zwischen zwei Kühlzyklen etwa 30°K beträgt. Während des Auftauprozesses wird das Interferenzfeld beobachtet und im Moment des Phasensprungs durch eine Taste der Temperaturschreiber kurzzeitig kurzgeschlossen (s. Eichung 2.3b). Bei weiteren Kühlzyklen werden Aufnahmen gemacht, wie im folgenden Kapitel beschrieben. Bei einer Versuchsdauer von 4h werden dabei 3 l bis 4 l flüssiges Helium verbraucht.

3. Aufnahmeverfahren und Ergebnisse

Um den eingefrorenen Fluß aus der Phasenänderung bzw. der Streifenverschiebung bestimmen zu können, sind zwei Registrierungen des Interferenzfeldes nötig, eine mit eingefrorenem Fluß und eine ohne diesen. Es wurden zwei Methoden benutzt:

3.1 Örtliche Variation des Magnetflusses

a) Prinzip, Aufnahmen

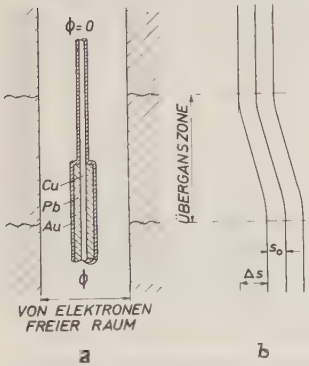


Abb. 4: Zur Deutung der Streifenverschiebung

Abb. 4a zeigt schematisch einen horizontalen Schnitt durch die Objektebene. Der Faden ist nur zur Hälfte mit Blei bedampft. Das supraleitende Objekt wird so einjustiert, daß der eingefrorene Fluß nur in einem Teil des Interferogramms eine Phasenschiebung bewirkt, wie in Abb. 4b schematisch dargestellt. Im Übergangsbereich sind die Interferenzstreifen auf Grund des abnehmenden Flusses und des damit verbundenen Streufeldes schräg. Aus der Ausbiegung kann der eingefrorene Fluß nach Gleichung (3) bestimmt werden. Abb. 5a zeigt ein auf diese Weise aufgenommenes Interferogramm. Weitere Aufnahmen wurden in einer Kurzmitteilung veröffentlicht [49]. Die in Abb. 5a sichtbaren Störungen werden auf der folgenden Seite diskutiert.

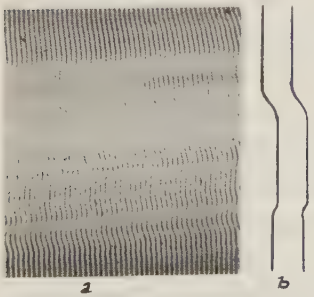


Abb. 5: a) Interferogramm, fl. Helium im Kühlkopf
b) Idealer Verlauf der Interferenzstreifen

b) Beobachtungen

Das Interferogramm der Abb. 5 zeigt von oben nach unten eine erste Auslenkung nach rechts und weiter unten eine weitere nach links. Dies bedeutet, daß der Hohlzylinder in seinem oberen Teil einen größeren eingefrorenen Fluß hat als in seinem unteren Teil, dazwischen also ein normalleitender Bereich liegen muß.

Beim Erwärmen wurde beobachtet, daß sich der Knick in den Interferenzstreifen längs der Objektachse von der Mitte zu den Enden hin bewegt. Dies läßt sich durch die Annahme erklären, daß das Objekt sich infolge der durch die Blenden einfallenden thermischen Strahlung von der Mitte her aufwärmt, wodurch sich die Übergangszone zum supraleitenden Gebiet nach außen verschiebt.

c) Störungen

Die Bestimmung der Streifenverschiebung ist dadurch erschwert, daß die Interferenzstreifen nicht geradlinig sind. Die Abweichung von der Geradlinigkeit hat verschiedene Ursachen. Einmal sind dies noch verbliebene Aufladungen der Blendenränder und des Objekts, zum anderen Störungen durch Kontaktpotentiale auf dem Objekt. Die Aufladungen des Objekts entstehen, wenn dieses beim Nachjustieren kurzzeitig in den Elektronenstrahl kommt und sich die auf ihm befindliche Kondensationsschicht von Restgasen auflädt. Kontaktpotentiale ergeben sich, wenn die Oberfläche des Objekts aus verschiedenen Metallen besteht. Das Objekt wirkt dann wie ein Biprisma mit örtlich variierendem Potential. Durch eine Deckschicht aus Gold (s. vorne) läßt sich dies weitgehend vermeiden. Die noch verbliebenen Versetzungen lassen auf Risse in dieser Deckschicht schließen, die sich beim Abkühlen bilden. +)

+) Während der Niederschrift dieser Arbeit wurde auf der Frühjahrstagung des Regionalverbands Bayern in der DPG am 18. März 1969 in München über elektroneninterferometrische Beobachtung quantisierter Magnetflüsse mit der eben beschriebenen Methode vorgetragen [52].

3.2 Zeitliche Variation des Magnetflusses

a) Prinzip, Aufnahmen

Der Faden wird auf seiner ganzen Länge mit Blei bedampft. Mit der Hilfslinse HL (s. vorne) wird das Interferenzfeld in Richtung längs der Interferenzstreifen hinreichend vergrößert und ein geradliniger und kontrastreicher Teil desselben über den Spalt Sp geschoben und kontinuierlich registriert. Wird beim Erwärmungsprozeß die Sprung-

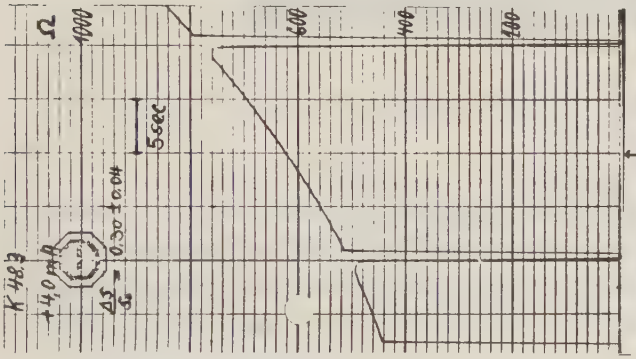


Abb. 6: Temperaturanzeige

Abb. 7: Interferogramm

temperatur überschritten, verschwindet der eingefrorene Fluß. Dies macht sich in einer zeitlichen Verschiebung der Streifen bemerkbar.

Die Markierungen im Film (Abb. 7) erlauben eine Zuordnung von Filmstelle zur vom Schreiber aufgezeichneten Temperaturanzeige (Abb. 6). Dazu wird durch einen Markengeber ein Relais bedient, das den Schreiber kurzschließt und gleichzeitig eine durch den Filmspalt auf den Film fokussierte Glühbirne einschaltet. Die Markierungsdauer beträgt etwa eine Sekunde, der Abstand der Marken konnte von 0 sec bis 30 sec

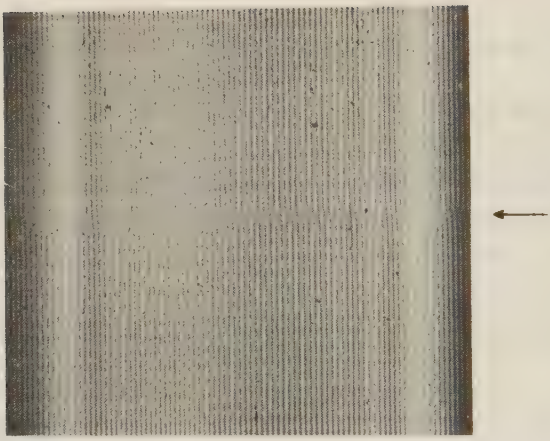
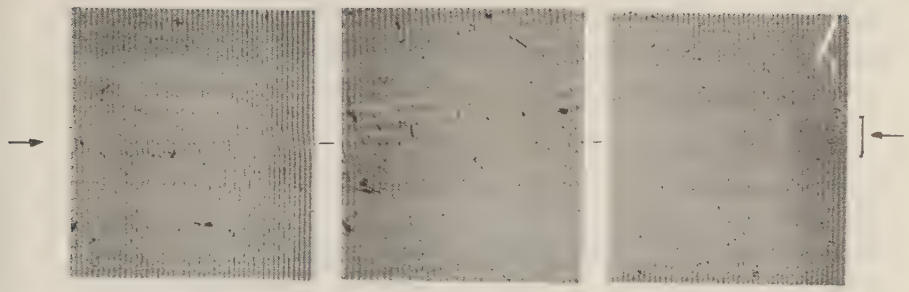


Abb. 8: Ausschnittsvergrößerung aus Abb. 7 mit Phasensprung (←—)

geregelt werden. Mit der am Ende jeder Registrierung bei stehendem Film aufgenommenen Projektion des Spaltes (Heller horizontaler Streifen in Abb. 7) zusammen mit der neben ihr liegenden Markierung wurde die Größe der örtlichen Versetzung der beiden festgestellt und bei der Auswertung berücksichtigt. Auf dem Film wird zwischen zwei Marken linear interpoliert. Zusammen mit der Kenntnis der Temperaturanzeige beim Phasensprung (s. 2.3 c) konnten so zufällige Störungen vom echten Ereignis mit großer Wahrscheinlichkeit unterschieden werden.

In der Abb. 9 werden weitere kontinuierlich registrierte Interferogramme gezeigt. In der Bildunterschrift ist jeweils der Strom in der Magnetspule während des Abkühlvorgangs angegeben. Streifenverschiebungen bis $\Delta s \approx s_o$ (s. Abb. 9b) werden noch aufgelöst; eine eindeutige Zuordnung der Streifen vor und nach dem Phasensprung ist möglich. Bei größeren Streifenverschiebungen (s. z. B. Abb. 9 c) ist dies nicht mehr der Fall.



a) J = 8,0 mA b) J = 16,0 mA c) J = 130 mA

Abb. 9: Interferogramme (kontinuierliche Registrierung)

b) Auflösung

Bei einer Spaltbreite von 0,3 mm und einer Filmgeschwindigkeit von 1 mm/sec beträgt die zeitliche Auflösung 1/3 sec. Der durch den Spalt ausgeblendete Teil des Interferenzfeldes entspricht in der Objektebene (s. 2.1 c) einem Bereich von ca. 4 µm und liegt damit unter der Längsauflösung.

c) Störungen

Eine leichte Drift des Interferenzfeldes beim Erwärmen des Kühlteils konnte nicht beseitigt werden, wie die Übersichtsaufnahme (Abb. 7) zeigt. Diese Drift wird durch verbliebene Aufladungen an den Blenden und auf dem Objekt (s. 3.1 c) verursacht, da damit eine beim Erwärmen auftretende leichte Bewegung des Kühlteils den Elektronenstrahl beeinflußt.

Störungen des Interferometers selbst können als solche erkannt werden, wie in Kap. 3.2 a beschrieben.

Die in manchen Interferogrammen auftretende leichte Struktur quer zu den Interferenzlinien wird durch kurzzeitige Schwankungen des Filmvorschubs verursacht und beeinträchtigt die Auswertung nicht.

d) Auswertung

Die meisten Registrierungen zeigen nur eine einzige sprunghafte Auslenkung der Streifen, die dann noch auf folgende Kriterien geprüft wurde: 1) Ort der Auslenkung, d.h. Temperatur. Die gefundenen Temperaturanzeigen stimmen im Rahmen der Meßgenauigkeit mit der Sprungtemperatur der Eichversuche überein. 2) Richtung der Auslenkung. Sie ist durch die Richtung des beim Abkühlen angelegten Magnetfeldes bestimmt und damit bekannt. 3) Die am Rand des Interferenzfeldes sichtbare Modulation durch die Fresnelsche Beugung am Biprismafaden muß ortsfest bleiben (s. Abb. 8).

Die Krümmung der Streifen wurde wie folgt berücksichtigt (s. Abb. 10): Mit dem Universal-Meßmikroskop der Firma Carl Zeiß, Oberkochen, wurden auf je elf Interferenzlinien die Koordinaten von je zwei Punkten im Schwärzungsmaximum links und rechts vom Phasensprung gemessen. Die Größen $(\Delta s)_{max}$, $(\Delta s)_{min}$ und s_o wurden berechnet und gemittelt und schließlich das Meßergebnis für die relative Streifenverschiebung

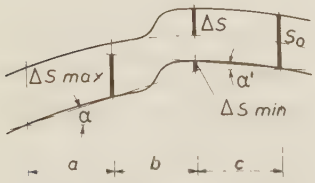


Abb. 10: Zur Auswertung der Interferogramme

$$k = \frac{1}{2\,\overline{s}_o}\left[\overline{(\Delta s)}_{max} + \overline{(\Delta s)}_{min}\right]$$

bestimmt. Zur Abschätzung des Fehlers der relativen Streifenverschiebung k wurde die Summe aus $(\overline{\Delta s}_{max} - \overline{\Delta s}_{min})$ und den mittleren

quadratischen Abweichungen der Größen Δs_{max} und Δs_{min} verwandt. Die Neigungswinkel α und α' betrugen immer etwa 1/2°, so daß eine Kosinuskorrektur unnötig war.

Der Streifenabstand betrug etwa 60 µm, a und c betrugen etwa 2 mm, b betrug etwa 0,5 mm. Die eigentliche Streifenverschiebung erstreckte sich über 0,3 mm bis 0,4 mm; b wurde größer gewählt, um sicherzustellen, daß Auswirkungen der Verschiebung das Meßergebnis nicht systematisch verfälschen.

e) Ergebnisse

In Abb. 11 sind die so ermittelten Meßergebnisse aufgetragen. Als Ordinate ist die zum eingefrorenen Fluß proportionale, relative Streifenverschiebung $k = \frac{\Delta s}{s_0}$ (s. Gl. (3)) und als Abszisse der Strom in der Magnetspule während des Abkühlvorgangs, der proportional zum äußeren Fluß ist (s. Gl. (9)), aufgetragen. Die verschiedenen Symbole bedeuten verschiedene Objekte, die unter Einhaltung möglichst gleicher Bedingungen präpariert wurden. Die mit o bezeichneten Meßpunkte wurden mit einem Objekt ohne Golddeckschicht gewonnen.

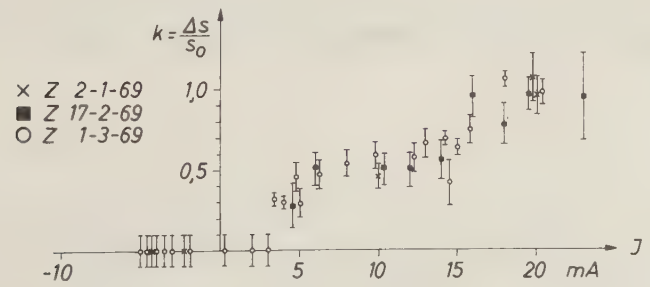


Abb. 11: Relative Streifenverschiebung beim Übergang vom supraleitenden in den normalleitenden Zustand in Abhängigkeit von der zum Erregerstrom J proportionalen Einfrierfeldstärke

Die den Punkten mit $k = 0$ zugehörigen Interferogramme zeigen keine Auslenkung; trotzdem wird ein dem der anderen Meßpunkte entsprechender Fehler angenommen.

In zwei Fällen (einmal bei 14 mA und einmal bei 18 mA) überwiegt die Streuung der Meßpunkte den Meßfehler. Es ist anzunehmen, daß dies auf in der Fehlerabschätzung nicht erfaßte Störungen des Interferometers in der Sprungzone zurückzuführen ist.

Aus den in Abb. 11 wiedergegebenen Ergebnissen läßt sich folgendes ablesen:

1) Über gewisse Bereiche des angebotenen Flusses ($\sim J$) bleibt der eingefrorene Fluß ($\sim k$) konstant.

2) Die Ordinate der Stufen ist $k \approx 0,5$ und $k \approx 1$, was nach (3) magnetischen Flüssen von $h/2e$ und h/e entspricht.

3) Der Bereich mit $k = 0$ erstreckt sich bis $J \approx 4$ mA, während die Breite der ersten Stufe etwa 10 mA beträgt. Dieses Verhalten ist nach Gl. (9) zu erwarten, nach der alle Stufen gleich lang sind und die Stufe mit $k = 0$ symmetrisch zum Ursprung liegt.

4) In den Übergangsbereichen treten Zwischenwerte auf.

4. Diskussion der Ergebnisse

4.1 Meßtemperatur

Aus der Breite des Phasensprungs im Interferogramm kann auf die Breite des Temperaturintervalls geschlossen werden, innerhalb dessen der eingefrorene Fluß auf Null abnimmt. Unter der Voraussetzung, daß in diesem Temperaturintervall der Temperaturfühler und das Objekt eine zeitlich konstante Temperaturdifferenz haben, ist die gemessene zeitliche Rate der Temperaturzunahme der Anzeige gleich der des Objektbereichs, der das registrierte Interferogramm beeinflußt. Mit einer Filmgeschwindigkeit von 1 mm/sec, einer Breite des Phasensprungs von ca. 0,5 mm (Größe b in Abb. 10) und einer zeitlichen Rate der Temperaturzunahme der Anzeige von $0,13^{\circ}K/sec$ ergibt sich die Breite des Temperaturintervalls zu $0,07^{\circ}K$.

Die aufgetragenen Meßpunkte entsprechen also eingefrorenen Magnetflüssen bei einer Temperatur von etwa $0,07^{\circ}K$ unter der Sprungtemperatur.

Die Eindringtiefe (Gl. (8)) ergibt sich bei dieser Temperatur ($t = 0,99$) mit $\lambda(0) = 500$ Å zu $\lambda(0,99) = 2500$ Å. Mit $d \approx 1\ \mu m$ sind also noch die Voraussetzungen von Gl. (6) gegeben ("exakte" Flußquantisierung).

4.2 Einheit des eingefrorenen Flusses - Höhe der Stufen

Die gewichteten [50] Mittelwerte $\bar{k}$ von k für Punkte mit $A \leq J \leq B$ und der sich daraus ergebende eingefrorene Fluß nach Gl. (3) sind in folgender Tabelle zusammengefaßt. Der bei $\bar{k}$ angegebene Fehler ist der mittlere Fehler des Mittelwerts [50].

A mA	B mA	ANZAHL DER MESSUNGEN	$\bar{k}$	MAGN. FLUSS 10^{-7} Gcm^2	FLUSS IN EINHEITEN $\frac{h}{2e}$
- 4,5	+ 3,0	10	0 ± 0,1	0	0 ± 0,2
+ 6,0	+ 13,5	9	0,53±0,03	2,19 ± 6%	1,06 ± 0,06
+ 16,5	+ 24,0	7	1,01± 0,04	4,17 ± 4%	2,02 ± 0,08

Abb. 12: Gewichtete Mittelwerte der relativen Streifenverschiebung

In diesen Bereichen erweist sich der eingefrorene Fluß als Vielfaches der Größe $\Phi_0 = \frac{h}{2e}$, in Übereinstimmung mit der Theorie (vgl. 4. 1).

4. 3 Einheit des Fluxoids - Länge der Stufen

Die Länge der Stufen in Abb. 11 kann nicht sehr genau bestimmt werden. Optimal erscheint eine Begrenzung bei + 4, 5 mA und + 15, 0 mA. Aus dem so bestimmten $\Delta J = 10,5$ mA $\pm$ 10 % läßt sich die Einheit des Fluxoids nach Gl. (9) berechnen. Es gilt

$$\Phi' = A \cdot \Delta J \cdot \bar{r}^2 \qquad (20)$$

dabei ist A = 17, 3 m Gauß/mA ± 3 % (s. Gl. (19)) und $\bar{r}$ der Einfrierradius. Mit den geometrischen Daten des Objektes Z 1 - 3 - 69, $r_a = 7,4\,\mu m \pm 4$ % und $r_i = 5,4\,\mu m \pm 4$ %, ergibt sich nach LÜDERS (Gl. (11)) $\bar{r} = r_L \approx 6,4\,\mu m$ und damit

$$\Phi'_L \approx 2,3 \cdot 10^{-7} \text{ Gauß cm}^2.$$

Zum Vergleich wird Φ' noch für $\bar{r} = r_i + \lambda$ bzw. $r_a - \lambda$ berechnet. Es ist mit

$\bar{r} = r_i + \lambda$ $\quad \Phi'_i = 1,8 \cdot 10^{-7}$ Gauß cm^2 $\pm$ 20 % und mit

$\bar{r} = r_a - \lambda$ $\quad \Phi'_a = 3,0 \cdot 10^{-7}$ Gauß cm^2 $\pm$ 20 %.

Ein Vergleich mit dem theoretischen Wert $\phi_o = 2,07 \cdot 10^{-7}$ Gauß cm^2 zeigt, daß der mit dem Einfrierradius nach Lüders berechnete Wert die beste Übereinstimmung ergibt.

4.4 Verschiebung der Kurve

Durch die in 4.3 eingeführte Begrenzung der Stufen ist die Stufe mit $k = 0$ nicht symmetrisch zum Ursprung, sondern um eine dem Stromwert 0,7 mA entsprechende Strecke in Richtung der negativen Stromachse verschoben. Es wird daraus auf ein konstantes, magnetisches Untergrundfeld der Größe $B_u \approx 12$ m Gauß geschlossen. Dieses erzeugt in der Zylinderfläche einen Fluß, der etwa 7 % des zu einem Flußquant führenden Flusses beträgt. Auf Grund der diamagnetischen Eigenschaften des Supraleiters ist unter Berücksichtigung der Wandstärke zu erwarten, daß auch ohne eingefrorenen Fluß eine relative Streifenversetzung von 0,05 auftritt. Diese liegt an der Grenze der Meßgenauigkeit und konnte nicht beobachtet werden.

4.5 Zwischenwerte

In den Übergangsbereichen von einer Stufe in Abb. 11 zur nächsten treten Zwischenwerte des eingefrorenen Flusses auf.

Bei den Experimenten von DOLL und NÄBAUER [16] und DEAVER und FAIRBANK [17] wurde dies ebenfalls beobachtet, bei ersteren jedoch in einem wesentlich kleineren Bereich der Einfrierfeldstärke. Sie werden übereinstimmend folgendermaßen gedeutet:

Ist der Innenradius des Hohlzylinders nicht konstant, so wird bei einem bestimmten Wert des Einfrierfeldes ein Fluß angeboten, der in einem Bereich des Zylinders zu n und in einem anderen zu n + 1 eingefrore-

nen Flußquanten führt. Es muß dann ein Streufluß durch die Wand des Hohlzylinders austreten. (Diese Möglichkeit demonstriert Abb. 5). Da bei den Meßverfahren [16] und [17] integral der durchschnittliche Fluß gemessen wurde (s. Kap. 1.2), ergeben sich Zwischenwerte.

Im hier beschriebenen Experiment wird der Fluß jedoch lokal gemessen. Der über den Spalt gelegte Teil des Interferenzfeldes wird in seiner Phase zunächst nur durch den Fluß in einem durch die Längsauflösung bestimmten Bereich des Objekts von ca 6 µm beeinflußt. Innerhalb dieses Bereiches kann keine Bruchstelle liegen, da auf optimalen Kontrast justiert wurde. Liegt die Bruchstelle außerhalb dieses Bereichs, so wirken Streufelder. Bei kleinen Flüssen kann der dann wirksame Bereich aus Einzelaufnahmen (z.B. Abb. 5) auf maximal 40 µm abgeschätzt werden. Da das Objekt zwischen zwei Aufnahmen in seiner Längsrichtung um mehr als 40 µm verschoben wurde, müßten also mehrere Bruchstellen vorliegen.

Die ersten Zwischenwerte treten bei $J \approx 5$ mA in einem Bereich $\Delta J \approx 1$ mA auf. Die daraus folgende Durchmesservariation von ca 10 % konnte jedoch beim Ausmessen des als Träger dienenden Kupferdrahtes mit einer Meßgenauigkeit von 4 % nicht gefunden werden.

Ein inhomogenes Magnetfeld würde ebenfalls zu Zwischenwerten führen. Eine nach dem eben gesagten nötige Variation von 20 % bei $J = 5$ mA kann aber nach Kap. 2.4 ausgeschlossen werden.

Zur Deutung ebenfalls hinreichende mechanische Bruchstellen der Bleischicht konnten zwar im Rastermikroskop nicht beobachtet werden, sind aber nicht völlig ausgeschlossen.

Ein möglicherweise relevanter Unterschied ist die Meßtemperatur, die bei den oben zitierten Experimenten etwa $4,2^{\circ}$K (fl. Helium), im hier beschriebenen Fall jedoch $7,1^{\circ}$K betrug.

Wie SCHWARTZ und COOPER [51] zeigten, sind Zwischenwerte für kleine Proben (r_i, $r_a < 1\ \mu m$) unter bestimmten Voraussetzungen zu erwarten. Da die hier untersuchten Objekte jedoch wesentlich größer sind, ist es fraglich, ob diese Voraussetzungen hier erfüllt sind. Es ist auch noch keine Aussage darüber möglich, ob hier die in [51] vorhergesagte Struktur des Übergangs von einer Stufe zur Nächsten vorliegt.

4.6 Temperaturabhängigkeit des eingefrorenen Flusses

Es soll abgeschätzt werden, ob die auflösbaren Streifenverschiebungen (s. z. B. Abb. 8, 9a, 9b) bei kleinem eingefrorenem Fluß durch den Streufluß bedingt sind oder die Temperaturabhängigkeit des Flusses nach den Gln. (7) und (8) zeigen.

Der Überlegung liegt folgende Vorstellung zugrunde:

Beim Erwärmungsprozeß sollte der eingefrorene Fluß zunächst kleiner werden. In der Mitte des Objekts wird dann zuerst die Strungtemperatur überschritten, und die normalleitende Zone bewegt sich dem Objekt entlang gegen den Kühlkopf. Sie führt dabei das durch den austretenden Fluß verursachte Streufeld mit sich. Die Abklingdauer der Ströme im Normalleiter liegt unter 10^{-5} sec [24] und hat bei einer zeitlichen Auflösung von 0, 3 sec keine Auswirkung.

Die Geschwindigkeit der oben genannten Zone ergibt sich aus der Breite des Übergangs auf dem Film, der Filmgeschwindigkeit und dem maximal wirksamen Bereich des Streufeldes zu

$$v \approx \frac{40\ \mu m}{0,4\ sec} \approx 0,1\ mm/sec.$$

Andererseits läßt sich v auch aus dem zeitlichen Temperaturgradienten näherungsweise bestimmen. Unter der Annahme, daß während des

Erwärmungsprozesses von etwa $4,2^{o}K$ bis $7,2^{o}K$ alle örtlichen Temperaturdifferenzen konstant bleiben und der örtliche Temperaturgradient auf dem Objekt vom Kühlkopf bis zur Mitte des Objekts örtlich konstant ist, ergibt sich nach einfacher Rechnung

$$v \approx \left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_{T_c} / \frac{(\Delta T)_1}{l} \qquad (21)$$

dabei ist $\left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_{T_c} = 0,13^{o}K/sec$ die zeitliche Rate des Temperaturanstiegs der Anzeige am Sprungpunkt, $(\Delta T)_1 = 0,4^{o}K$ die Temperaturdifferenz zwischen Mitte des Objekts und Kühlkopf und $l = 4$ mm die halbe Länge des Objekts. $(\Delta T)_1$ kann unter obigen Annahmen aus den Temperaturdifferenzen zwischen Kühlkopf und Temperaturfühler, wenn flüssiges Helium im Kühlkopf ist, zum einen, und zwischen Objekt und Temperaturfühler am Sprungpunkt zum anderen, bestimmt werden. Damit ergibt sich

$$v \approx 1,3 \text{ mm/sec.}$$

Der beobachtete Prozeß der Phasenschiebung erstreckt sich also über wesentlich größere Zeit - bzw. Temperaturintervalle als nach der zweiten Abschätzung zu erwarten wäre.

Die anfängliche Umbiegung der Streifen ist also im wesentlichen auf die Temperaturabhängigkeit des Magnetflusses zurückzuführen. Das Streufeld kommt erst am Ende des Übergangs zur Wirkung. Eine quantitative Auswertung ist zunächst auf Grund der zu geringen zeitlichen Auflösung nicht möglich. Versuche mit kleineren Objekten könnten eine Klärung bringen, da sich dann die Temperaturabhängigkeit über größere Temperaturintervalle auswirkt (vgl. Gl. (7) und (8)).

5. Zusammenfassung und Schluß

Umgeben die beiden kohärenten Teilwellen eines Elektroneninterferometers einen magnetischen Fluß ϕ, so bewirkt dieser eine Phasenschiebung der Teilwellen gegeneinander und damit eine Verschiebung Δs der Interferenzlinien (Abstand s_o) im Interferogramm.

Es ist $\frac{\Delta s}{s_o} = \frac{\phi}{\phi^*}$ mit $\phi^* = 4{,}13 \cdot 10^{-7}$ Gauß cm^2.

Damit läßt sich der magnetische Fluß ϕ aus gemessenen Streifenverschiebungen Δs direkt, d.h. ohne Kenntnis von Fläche und magnetischer Induktion bestimmen.

Mit diesem Verfahren wird der in supraleitenden Hohlzylindern eingefrorene magnetische Fluß ϕ_E in Abhängigkeit vom beim Abkühlen unter die Sprungtemperatur vorhandenen äußeren Magnetfeld gemessen. Hohlzylinder von 3 bis 6 mm Länge werden durch Bedampfen eines Kupferdrahtes von ca. 10 µm Durchmesser mit Blei bis zu einer Schichtdicke von ca. 2 µm hergestellt. Die Objektkühlungseinrichtung beruht auf dem Prinzip des von KLIPPING angegebenen Verdampferkryostaten.

Es werden zwei Registrierverfahren angewendet.

Der supraleitende Hohlzylinder wird einmal so zwischen die Teilwellen gebracht, daß nur ein Teil des Interferogramms durch den eingefrorenen Fluß beeinflußt wird. Aus der Streifenverschiebung läßt sich der eingefrorene Fluß bestimmen. In so gewonnenen Interferogrammen wurde vereinzelt beobachtet, daß der eingefrorene Magnetfluß sich auch über die Länge des Hohlzylinders verändert.

Beim Erwärmen des Hohlzylinders wird das Ausbreiten der normalleitenden Zone beobachtet, was sich in einer zeitlichen Verschiebung der Streifenauslenkung in Längsrichtung der Streifen bemerkbar macht.

Diese zeitliche Variation wird mit einem zweiten Verfahren registriert, indem ein durch einen Spalt ausgeblendeter Teil des Interferenzfeldes, der durch den eingefrorenen Fluß beeinflußt wird, auf einen gleichförmig bewegten Film projiziert wird.

Diese Interferogramme zeigen, daß der eingefrorene Fluß bei Annäherung an die Sprungtemperatur nicht sprunghaft verschwindet, sondern in einem Temperaturintervall von ca. 0, 05 ^{o}K unter der Sprungtemperatur kontinuierlich zu Null abnimmt.

Aus der Auslenkung der Interferenzstreifen wird der eingefrorene Fluß bestimmt. Es ergab sich, daß er über bestimmte Bereiche des äußeren Magnetfeldes konstant ist und folgende Werte hat:

1. Stufe $\Phi_{E1} = 2,19 \cdot 10^{-7}$ Gauß cm^2 $\pm$ 6 %

2. Stufe $\Phi_{E2} = 4,17 \cdot 10^{-7}$ Gauß cm^2 $\pm$ 4 %.

Aus der Größe des Bereichs des äußeren Magnetfeldes mit gleichem eingefrorenem magnetischen Fluß wird mit Hilfe der bekannten Abmessungen des Zylinders die diesem Bereich entsprechende Änderung des äußeren Flusses (Einheit des Fluxoids) zu

$$\Phi_{o\,exp} \approx 2,3 \cdot 10^{-7} \text{ Gauß cm}^2 \quad \text{bestimmt.}$$

Dies ist in Übereinstimmung mit der Theorie, die unter Berücksichtigung der Paarkorrelierung der Elektronen im Supraleiter die Quantisierung des von LONDON eingeführten Fluxoids

$$\Phi_c = \oint (\vec{A} + \mu_o \lambda^2 \vec{j}_s)\, d\vec{s} = n \cdot \Phi_o \quad (n = 1, 2 \ldots)$$

mit $\Phi_o = \frac{h}{2e} = 2,07 \cdot 10^{-7}$ Gauß cm^2 verlangt.

Unter Vernachlässigung des zweiten Summanden des Integranden folgt daraus die Quantisierung des Magnetflusses mit der gleichen Grundgröße.

Zwischen diesen Bereichen der Einfrierfeldstärke werden Zwischenwerte des eingefrorenen Flusses gefunden. Mögliche Ursachen werden diskutiert.

Herrn Prof. Dr. G. Möllenstedt danke ich herzlich für die Anregung dieser Arbeit, sein stetes Interesse an ihrem Fortgang und seine mir jederzeit gewährte Unterstützung.

Herrn Prof. Dr. F. Lenz habe ich für die Durchsicht des Manuskripts und wertvolle Hinweise zu danken.

Literaturverzeichnis

1 EHRENBERG, W., R.E. SIDAY: Proc. Phys. Soc. B 62, 8 (1949)

2 AHARANOV, Y., D. BOHM: Phys. Rev. 115, 485 (1959)

3 LENZ, F.: Naturwiss. 49, 82 (1962)

4 MÖLLENSTEDT, G., H. DÜKER: Z. Phys. 145, 377 (1956)

5 CHAMBERS, R.G.: Phys. Rev. Lett. 5, 3 (1960)

6 BOERSCH, H., H. HAMISCH, K. GROHMANN, D. WOHLLEBEN: Z. Phys. 165, 79 (1961)

7 MÖLLENSTEDT, G., W. BAYH: Phys. Verh. 12, 142 (1961)

8 BAYH, W.: Z. Phys. 169, 492 (1962)

9 SCHAAL, G., C. JÖNSSON, E.F. KRIMMEL: Optik 24, 529 (1966/67)

10 MEISSNER, W., R. OCHSENFELD: Naturwiss. 21, 787 (1933)

11 LONDON, F.: Phys. Rev. 74, 562 (1948)

12 LONDON, F.: Superfluids, John Wiley a. Sons, New York, 1950, p. 152

13 SCHAFROTH, M.R.: Phys. Rev. 96, 1149, 1442 (1954)

14 COOPER, L.N.: Phys. Rev. 104, 1189 (1956)

15 BARDEEN, J., L.N. COOPER, J.R. SCHRIEFFER: Phys. Rev. 108, 1175 (1957)

16 DOLL, R., M. NÄBAUER: a) Phys. Rev. Lett. 7, 51 (1961)
b) Z. Phys. 169, 526 (1962)

17 DEAVER, B.S., W.M. FAIRBANK: Phys. Rev. Lett. 7, 43 (1961)

18 BYERS, N., C.N. YANG: Phys. Rev. Lett. 7, 46 (1961)

19 ONSAGER, L.: Phys. Rev. Lett. 7, 50 (1961)

20 BARDEEN, J.: Phys. Rev. Lett. 7, 162 (1961)

21 KELLER, J.B., B. ZUMINO: Phys. Rev. Lett. 7, 164 (1961)

22 LÜDERS, G.: Z. Naturforschg. 17a, 181 (1962)

23 LITTLE, W.A., R.D. PARKS: Phys. Rev. Lett. 9, 9 (1962)

24 KWIRAM, A.L., B.S. DEAVER: Phys. Rev. Lett. 13, 189 (1964)

25 HUNT, T.K., J.E. MERCEREAU: Phys. Rev. 135, 944 (1964)

26 VAN OOIJEN, D.J.: Philips Res. Repts. 22, 219 (1967)

27 ROWELL, J.M.: Phys. Rev. Lett. 11, 200 (1963)

28 JACLEVIC, R.C., J. LAMBE, J.E. MERCEREAU, A.H. SILVER: Phys. Rev. 140, 1628 (1965)

29 ZIMMERMANN, J.E., A.H. SILVER: a) Phys. Rev. 141, 367 (1966)
b) Solid State Comm. 4, 133 (1966)

30 PARKER, W.H., B.N. TAYLOR, D.N. LANGENBERG: Phys. Rev. Lett. 18, 287 (1967)

31 ZHARKOV, G.F.: Sov. Phys. Uspekhi 9, 198 (1966)

32 BUCKEL, W.: Phys. Bl. 23, 18 (1967)

33 Int. Conf. on the Science of Superconductivity, Hamilton, 1963 in Rev. Mod. Phys. 36 (1964), pp. 264 - 288

34 BLATT, J.M., Theory of Superconductivity, Academic Press, New York, 1964, pp. 31, 307 ff.

35 SCHRIEFFER, J.R.: Theory of Superconductivity, W.A. Benjamin, Inc., Publishers, New York 1964, pp. 240 ff.

36 RICKAYZEN, G.: Theory of Superconductivity, John Wiley a. Sons, New York, 1965, pp. 291 ff.

37 LYNTON, E.A.: Supraleitung, BI-Taschenbuch Bd. 74, Mannheim, 1966

38 LOCK, J.M.: Proc. Roy. Soc. 208, 391 (1951)

39 BOERSCH, H., K. GROHMANN, B. LISCHKE, H. NIEDRIG: Phys. Verh. 14, 5, 104 (1963)

40 BUHL, R.: Z. Phys. 155, 395 (1959)

41 SPEIDEL, R., K.H. GAUKLER: Z. Phys. 208, 419 (1968)

42 BORN and WOLF: Principles of Optics, Pergamon Press, 1964, pp. 491 ff.

43 KLIPPING, G.: Kältetechnik 13, 250 (1961)

44 6th Int. Cong. Electr. Micr., Kyoto, Tokyo (1966) pp. 167 - 176

45 4th Europ. Reg. Conf. Electr. Micr., Rome (1968) pp. 41 - 44, 231 - 236, 353 - 356

46 CLEMENT, J.R., E.H. QUINNELL: Rev. Sci. Instr. 23, 213 (1952)

47 CLUSIUS, K.: Z. Phys. Chem. B 3, 73 (1929)

48 LANDOLT-BÖRNSTEIN: Zahlenwerte und Funktionen, 6. Aufl., Bd. II, Teil 6, Springer-Verlag, Berlin, 1959, p. 37

49 WAHL, H.: Optik 28, 417 (1968/69)

50 KOHLRAUSCH, F.: Praktische Physik Bd. 1, B.G. Teubner, Stuttgart, 21. Aufl., 1960, p. 30

51 SCHWARTZ, B.B.; L.N. COOPER: Phys. Rev. 137, 829 (1965)

52 LISCHKE, B.: Verhdlg. DPG (VI) 4, 122 (1969)

Lebenslauf

Am 4. April 1936 wurde ich, Herbert Wahl, in Weingarten/Württ. als Sohn des Landesbeamten Anton Wahl und seiner Ehefrau Gertrud geb. Riether geboren.

Von 1942 bis 1946 besuchte ich die Grundschulen in Stuttgart und Weingarten und von 1946 bis 1955 das Neue Gymnasium in Ravensburg, wo ich am 4. März 1955 die Reifeprüfung ablegte.

Vom Sommersemester 1955 bis zum Sommersemester 1960 studierte ich an der Universität Tübingen Physik als Hauptfach und Mathematik und Chemie als Nebenfächer. Am 28. 4. 1958 legte ich die Vorprüfung in Philosophie und am 21. November 1960 die Wissenschaftliche Prüfung für das Lehramt an Gymnasien ab.

Nach kurzer Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Physikalischen Institut der Universität Tübingen trat ich am 12. April 1961 zunächst als Vertragslehrer in den Schuldienst ein. Ab 11. Sept. 1961 besuchte ich den Referendarkurs am Seminar für Studienreferendare in Tübingen, den ich am 1. April 1963 mit der Pädagogischen Prüfung für das Lehramt an Gymnasien abschloß. Danach war ich als Studienassessor am Gymnasium Metzingen tätig. Ich unterrichtete Physik und Mathematik an der Oberstufe bis zu meiner von mir selbst beantragten Entlassung aus dem Schuldienst am 26. April 1965.

Am 1. Mai 1965 trat ich in das Institut für Angewandte Physik der Universität Tübingen ein, wo ich unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. G. Möllenstedt die vorliegende Dissertation "Elektroneninterferometrische Messung von quantisierten Magnetflüssen in supraleitenden Hohlzylindern" anfertigte. Sie wurde im März 1969 abgeschlossen.

Am 20. April 1964 heiratete ich Frl. Heide Gebhardt. Am 9. Mai 1967 wurde unsere Tochter Heike und am 14. Juni 1968 unsere Tochter Almut geboren.

Meine akademischen Lehrer waren im Fach Physik die Herren Prof. Dres. M. Auwärter, W. Braunbek, G. Elwert, W. Kossel, H. Krüger, F. Lenz, E. Menzel, G. Möllenstedt, H. Schüler; im Fach Mathematik die Herren Prof. Dres. E. Kamke, M. Müller, G. Pickert, H. Wielandt, K. Zeller; im Fach Chemie die Herren Prof. Dres. W. Bues, H. Hellmann, E. Müller, W. Rüdorff und in den Fächern Philosophie und Pädagogik die Herren Prof. Dres. B. v. Freytag gen. Löringhoff, O. Klöden, G. Schulz und K. Ulmer.

Druck: Reproanstalt Walter Betz